

# Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 60086270  
PUBLICATION DATE : 15-05-85

APPLICATION DATE : 01-06-84  
APPLICATION NUMBER : 59112265

APPLICANT : DENKI KAGAKU KOGYO KK;

INVENTOR : TANJI HIROAKI;

INT.CL. : C23C 14/26 H01L 21/203 H01L 21/265 H05B 3/14

TITLE : PREPARATION OF RESISTANCE HEATER

ABSTRACT : PURPOSE: To increase heat transfer quantity from a boat to an evaporation material by making a molten metal easily wettable, by roughening the inner bottom surface of the boat comprising a conductive ceramic sintered body based on titanium boride.

CONSTITUTION: A conductive ceramics sintered body containing boron nitride based on titanium boride is subjected to external shaping processing while the resistance heater material for vacuum evaporation completed from said external shaping processing is treated by using a rotary grinder having a coarse particle surface to form a metal evaporation part and to bring the inner bottom surface thereof to a roughened surface. The boat prepared by the above-mentioned method has a bottom surface easily wetted with a molten metal and the transfer quantity of heat to the evaporation material from the boat increases.

COPYRIGHT: (C)1985,JPO&Japio

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A) 昭60-86270

⑬ Int.Cl.

C 23 C 14/26  
H 01 L 21/203  
H 05 B 3/14

識別記号

序内整理番号

7537-4K  
7739-5F  
6603-5F  
7708-3K

⑭ 公開 昭和60年(1985)5月15日

審査請求 有 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 抵抗加熱器の製法

⑯ 特願 昭59-112265

⑰ 出願 昭52(1977)8月22日

⑱ 特願 昭52-100260の分割

⑲ 発明者 御子神 昭夫 町田市旭町3-5-1 電気化学工業株式会社中央研究所内  
⑳ 発明者 大泉 宏 町田市旭町3-5-1 電気化学工業株式会社中央研究所内  
㉑ 発明者 丹治 宏彰 町田市旭町3-5-1 電気化学工業株式会社中央研究所内  
㉒ 出願人 電気化学工業株式会社 東京都千代田区有楽町1丁目4番1号

明細書

1. 発明の名称

抵抗加熱器の製法

2. 特許請求の範囲

チタンボライドを主成分としポロンナイトライドを含有する導電性セラミックス焼結体からなる真空蒸発用抵抗加熱器の製法において、外形加工の終った加熱器部材を表面が粗歯である回転砥石を用いて金属蒸発部を形成し、その内底面を粗面状とすることを特徴とする真空蒸発用抵抗加熱器の製法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は導融金属を効率よく蒸発させる導電性セラミックス焼結体からなる真空蒸発用抵抗加熱器の製法に関するものである。

従来、ポート状の真空蒸発用抵抗加熱器（以下ポートという）は、タンクステン、モリブデン、クンタル等の高融点金属により製作したポートが用いられている。しかしこれら高融点金属は使用中に蒸発材としての蒸融金属と合金化したり、又

高融点金属の結晶化等により破損するので、抜回の使用しか出来なかつた。

又ポートに金属からなる蒸発材を収納し、加熱して、融液から蒸発するときに融液がポートに漏れないものであるときは蒸発材の量が少くなつてくると島状になるので均一に蒸発することができないのでポートの内底面に高融点金属複数部品またはポート内底面に凹凸面を形成することが提案されているがこの方法では高融点金属を用いているため蒸発状況は改善されるが、その寿命は従来のものと変らず連続使用は不可能であつた。

（実用昭50-40850号）

近年、これらの高融点金属にかわってチタンボライド、ジルコニウムボライド、ポロンナイトライド、アルミニウムナイトライド等から選ばれた1種以上を加圧焼結した導電性セラミックスポートが提案されている。これらの導電性セラミックスからなるポートは耐熱性が高く、耐スポーリング性もすぐれ、蒸発材との反応が少なくポート寿命が長いという利点がある。

しかし、これらのセラミックスは高融点金属に比べて、溶融した蒸着材との濡れが悪く、セラミックスポートと蒸着材との接触が不充分であることからポートの熔融が充分に蒸着材を加熱することができず大部分は輻射熱として放散し熱効率が悪かつた。

更に説明すると、蒸着材の金属燃発部（以下キャビテーという）への濡れ拡がりが悪く、溶融した蒸着材でキャビテーの内底面の全面を濡らすことが困難で、キャビテー底面全面を燃発部として有効に利用できないために単位時間当たりの燃発量は低かつた。

通常固体表面と溶融金属の濡れ性は濡れ角度θが用いられる。

$\cos\theta = R(r_s - r_{sL}) / r_L$  で示され、Rは半径の因子であり、 $r_s$ 、 $r_{sL}$ 、 $r_L$ は夫々固体表面、固液界面、液体の表面張力である。

ここで、Rは見かけの表面積に対する実の表面積を示す。Rを大きくすることにより、θは日に近づき固体表面は、溶融金属に濡れやすくなる。

更に、表面を粗面とし表面積を増加することにより、Rを大きくできること、また粗面にすると濡れ性の悪いポロンナイトライドが除去され濡れ性が向上するという知見により本発明に到達したものである。

すなわち本発明はチタンボライドを主成分としポロンナイトライドを含有する導電性セラミックス焼結体からなる真空燃発用抵抗加熱器の製法において、外形加工の終つた加熱器部材を表面が粗粒である回転砥石を用いて金属燃発部を形成し、その内底面を粗面状とすることを特徴とする真空燃発用抵抗加熱器の製法である。本発明品を蒸着金属の蒸着に使用すると、蒸着材とポートとの濡れは燃発初期から良好で、連続又は繰返し使用可能である。

以下さらに本発明を詳しく説明する。

本発明はチタンボライドを主成分としポロンナイトライドを含有する導電性セラミックス焼結体からなるポート部材にキャビテーとその内底面を粗面にすることを同時に行うことを特徴とするも

のである。

その方法としては外形加工の終つたポートにキャビテーを形成する工程で、粒度の粗いダイヤモンドを研磨面にもつ回転砥石でキャビテーを研削加工すればキャビテーの底面に自動的に粗面が形成される。本発明に用いられるポート部材は導電性のチタンボライドを主成分とし、濡れ性の悪いポロンナイトライドを含有するものであるが、ポロンナイトライドを含有させたものは切削加工が容易であり、導電性も所望のものが得られるが、前記した回転砥石より硬度がチタンボライドより低いポロンナイトライドが除去され濡れ性が向上する。本発明によれば加工工程を増加することなしに蒸着材に濡れやすいキャビテーの内底面を有するポートが得られる。

本発明のポートを用いることにより蒸着材はキャビテー底面の全面に容易に濡れ拡がり、キャビテー底面の全面より燃発可能となり、単位時間当たりの燃発量を増加することができる。更に、ポートから蒸着材への熱の伝達量が多くなり、従来の

ポートより少ない電力で効率良く金属を燃発することが可能となつた。

また、溶融した蒸着材がキャビテーの内底面の全面に濡れ拡がり、濡れ拡がりの面積が変化しないため、ポートの抵抗変化がなくなり蒸着中の電極制御が容易である。

更に、キャビテーの内底面の全面より蒸着金属を燃発させることができ、低いポート温度での燃発が可能となり、ポートと蒸着材との反応がなくなり、特に局部的な腐食は見られずポートの寿命が長くなるという効果もある。

次に、本発明を比較例及び実施例に從つて説明する。

#### 比較例

比抵抗が  $1200 \mu\Omega \cdot cm$  となるように、チタンボライド48重量部、ポロンナイトライド28重量部及びアルミニウムナイトライド24重量部を含む導電性セラミックをホットプレス法により成形した。

この導電性セラミック成形体から  $16 \times 8 \times$

特開昭60- 86270 (3)

100mmのポートを切り出し、250メッシュのダイヤモンドホイルによつて切削し、巾12mm、深さ1.5mm、長さ70mmのキャビテーを形成した。

蒸着材として直径1.5mmのAl線を選び、連続供給装置を用い直接通電で加熱されたポートから連続蒸着をおこなつた。

然崩は、電圧8.5V電流350AでおこないAlの単位時間当たりの蒸発量は1.5g／分であつた。

溶融したAlは、キャビテーの内底面全面には濡れ抜がらず、キャビテーの片側の壁にそつて約半分に濡れ抜がつた状況となり、更に電圧を増してポート温度を高くしても濡れ抜がりは改善されなかつた。この条件で300分の蒸着を続けた後、ポートはキャビテーの底部で蒸着材と反応し、ポートは変形し、これ以上の蒸着に耐えないものとなつた。

実施例

比較例と同じ導電性セラミック成形体を用い、 $16 \times 8 \times 100$ mmのポートを従来の方法で切り

出し、次いで80メッシュのダイヤモンドを研磨間に持つ回転砥石を用いて巾12mm、深さ1.5mm、長さ70mmのキャビテーの内底面を粗面としたポートを形成した。

このポートを使用して、比較例に示す方法でAlの連続蒸着を実施した。

然崩は電圧8.0V電流300AでおこないAlの単位時間当たりの蒸発量は2.0g／分であつた。溶融したAlはキャビテー底面の全面に濡れ抜がり電圧電流の変動も見られず、概めて安定した蒸着が可能であつた。この条件で300分連続蒸着を実施したが、キャビテー底部の腐食は見られなかつた。

特許出願人 石川化学工業株式会社